## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

03-115522

(43)Date of publication of application: 16.05.1991

(51)Int.Cl.

C21D 6/00

H01F 41/02

(21)Application number: 01-253079

(71)Applicant : SEIKO INSTR INC

(22)Date of filing:

27.09.1989

(72)Inventor: INOKOSHI YOSHIO

## (54) SURFACE TREATMENT FOR RARE EARTH-IRON MAGNETIC MATERIAL

## (57) Abstract:

PURPOSE: To convert a surface layer into amorphous state and to form a firm highly corrosion resistant protective layer by irradiating the surface of a rare earth-iron magnetic material with a high energy electron beam.

CONSTITUTION: The surface of a polycrystal as rare earth–iron magnetic material is irradiated with a high energy electron beam having ≥10keV pressure voltage to undergo rapid heating and is then cooled rapidly, by which the surface layer is structurally converted into highly corrosion resistant amorphous state. The amount of iron oxide (Fe2O3) is reduced with the increase in the thickness of the amorphous layer, and corrosion resistance can be improved. Accordingly, the chances of application of this magnet to purposes requiring resistance to severe environment can be improved.

## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

# 2/9

## 四公開特許公報(A).

平3-115522

⑤Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

❸公開 平成3年(1991)5月16日

C 21 D 6/00 H 01 F 1/053 41/02

B 6813-4K

G 2117-5E

H 01 F 1/04

Α

7303-5E

審査請求 未請求 請求項の数 1

(全3頁)

❷発明の名称

希土類鉄系磁石材料の表面処理方法

②特 願 平1-253079

❷出 願 平1(1989)9月27日

⑩発 明 者 猪 越

良 夫

東京都江東区亀戸6丁目31番1号 セイコー電子工業株式

会社内

切出 顋 人

セイコー電子工業株式

東京都江東区亀戸6丁目31番1号

会社

四代 理 人 弁理士 林 敬之助

明 栂 古

## 1. 発明の名称

希土類鉄系磁石材料の表面処理方法

### 2. 特許請求の範囲

10 k e V以上の加速電圧を持つ高エネルギー電子線を希土類鉄系磁石材料の表面に照射することにより、合金表面層をアモルファス化することを特徴とする希土類鉄系磁石合金の表面処理方法。

## 3 発明の詳細な説明 き、特許請求の範囲

## (産業上の利用分野)

当該磁石は、電子式腕時計のステッピングモータの磁石、音響機器のサーボモータ及びスピーカー等の小型民生用電気製品からコンピュータの端末に到るまで幅広く利用されている。

## (発明の概要)

希土類鉄系磁石は鉄分を多く含むことから、高 い飽和磁東密度を持ち、最大エネルギー積の高い 磁石である。しかしながら、その反面、耐蝕性の 悪いことが実用化を進める上で、大きな障害となっていることが公知となっている。

本発明の結果、10 k V 以上の電子線を磁石合金 表面に照射することにより、表面層をアモルファ ス化させ、耐蝕性を高めることができた。

## 〔従来の技術〕

希土類磁石の表面処理として、例えば、特公昭 56~166393号に開示されているように、電気メッキを用いた方法もしくは原理を同一とし、容易に類推される他の方法あるいはCVD,PVDを用い、表面をより耐蝕性が高く、地金と異なる物質で被覆することにより、高耐蝕性を得る方法等、多くの方法が提案されている。

#### 〔発明が解決しようとする課題〕

しかしながら、従来の方法では、表面保護階と 磁束合金の地金において、両者の組成が著しく異 なることから、密着性が悪く、表面保護層(あるいは膜)の剝離が生じやすいという欠点があった。

〔課題を解決するための手段〕

FP05-0116-

05. 7.12

SEARCH REPORT

-131-

本発明では、10 k e V以上の高エネルギー電子 線を磁石合金表面に照射することにより、表面の 組成を変えることなく、表面層を耐鈍性の高いア モルファスに構造的に変えることが可能となった。 本発明により、極めて耐蝕性が優れた強固な保護 法(膜)を得ることができた。

微小な希土類鉄系磁石材料の優れた裏面加工処理技術が確立されていない現状を鑑みれば、本発明の工業的価値は極めて大きい。

#### (作用)

最大エネルギー積の高い希土類鉄系磁石合金は、 多結晶を用いて作製することが公知となっている が、その多結晶要面に高エネルギー電子の照射に より、急激に加熱した後、急冷されるためアモル ファス化が起こるものと考えられる。

特許請求の範囲で10 k o V以上と限定した理由は、その加速電圧以下では、アモルファスを誘起するにはエネルギーが充分ではないか、あるいはアモルファス暦を表面に形成したとしても、極めて厚みが小さく、実用上、耐蝕性が確保できなく

なる場合もあることによる。

#### (実施例)

Nd33wt M. Blut M. Pe66wt Mの母合金をアーク溶解により溶製した後、ボールミルを用い、平均粒度 3 四の粉末に加工した。得られた粉体は、機磁界成型した後、1100℃の温度で1時間焼結した。焼結体は切断器を用い、複数個の板状試片に切り出された後、いずれの試片もエタノール中で表面研磨(\$1500)し、テストサンアルとした。

電子線の照射条件は、加速電圧を0kVから200kVまで10kV間隔とし、照射時間は0時間から50時間とした。

試料の耐蝕性の評価は、1モルのNacl水溶液に 1週間浸漬し、腐食性成分である酸化鉄量をX線 回折法による回折強度の大きさから概算し、腐食 の度合いの目安とした。

また、表面層の構造は透過電子顕微鏡を用い、 評価した。結果を表1に示す。

表 1

	加速電圧(KV)	照射時間(h)	表面構造とその厚み	酸化鉄(Co12)
健 来	0	0	多結區。全部	3 5
本発明品	1 0	2	多結晶 + 7₹877XIOnm	3 0
	1 0	1 0	アモルファス 30mm	2 0
	1 0	5 0	アモルファス 100nm	3
	2 0	3	アモルファス 15nm	2 6
	2 0	1 5	アモルファス 50nm	19
	2 0	4 0	アモルファス 110nm	3
	3 0	2 0	アモルファス 60mm	1 7
	4 0	2 0	アモルファス 64nm	1 8
	5 0	2 0	プモルファス 100nm	4
	6 0	2 0	アモルファス 120nm	2
	70	2 0	アモルファス 130nm	1
	8 0	2 0	アモルファス 13Inm	1
	9 0	2 0	アモルファス 135nm	1以下
	100	2 0	プモルファス 140nm	1以下
	150	1 5	アモルファス 139nm	1月下
	200	1 5	アモルファス 141nm	IRT

要1より、高エネルギー位子線により誘起され、 形成される裏面アモルファス層の厚みが増大する と共に、腐食生成物である酸化鉄(Fe<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)の量が 波少することから、アモルファス層の形成が、耐 蝕性を高める役割を果たしていることが判る。 特に、70kV以上で20時間、照射した場合におい ては、高耐蝕性を示し、実用上、問題がないと考 える。

また、ピンセットを用いた簡便な別離テストの 結果を表 2 に示す。(高い数値ほど剝離しにくい。)

表 2

				制度に到るまでの回数		
本	発	明	កដ	10°回以上		
电发	調メ	ッキ		3 × 10 * 回以上		
クロミック・クロメート処理				1.2×10*回以上		

要 I の結果と患 2 より得られた知見を考え合わせると、本発明が極めて強固な高耐蝕保護層 (膜)を提供する方法であることが明らかである。

(発明の効果)

本発明により、希土類鉄系磁石の欠点である耐 独性の課題を克服することが可能となった。厳し い耐環境性が要求される用途にも、本系磁石を使 用する概念が拡大するものである。

以上

出題人 七十二一電子工業株式会社 代理人 弁理士 林 敬 之 助